

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-108018

(43)Date of publication of application : 10.04.2002

(51)Int.CI.

G03G 9/087

G03G 9/08

(21)Application number : 2000-303912

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 03.10.2000

(72)Inventor : SERIZAWA MANABU  
DAIMON KATSUMI  
HAMANO KOICHI  
FUKUSHIMA NORITO  
IMAI TAKASHI

## (54) TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE, ITS MANUFACTURING METHOD AND DEVELOPER FOR ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE AND IMAGE FORMING METHOD USING THE SAME

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide electrostatic charge image developing toner which is obtainable by a simple manufacturing method, particularly excellent in reproduction of the particle size, the particle size distribution or the like, excellent in manufacture stability, has wide fixing region, is particularly excellent in low temperature fixation and whose resin particle obtained by an aggregation method is excellent in manufacture stability, preservation stability, static charge characteristics and particularly excellent in environmental stability and aging stability and to provide a method for manufacturing the electrostatic charge image developing toner and an electrostatic charge image developer and an image forming method using the electrostatic charge image developing toner.

**SOLUTION:** This electrostatic charge image developing toner contains a binder resin containing a crystalline resin having at least one melting point and at least one resin having the angle of contact with water smaller than that of the crystalline resin.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-108018

(P2002-108018A)

(43)公開日 平成14年4月10日 (2002.4.10)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>G 0 3 G 9/087  
9/08

識別記号

F I

G 0 3 G 9/08

マーク\* (参考)

2 H 0 0 5

3 2 1  
3 8 1

## 審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 22 頁)

(21)出願番号

特願2000-303912(P2000-303912)

(22)出願日

平成12年10月3日 (2000.10.3)

(71)出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72)発明者 芹澤 学

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(72)発明者 大門 克己

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(74)代理人 100079049

弁理士 中島 淳 (外3名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方  
法

(57)【要約】

【課題】 製造方法が簡単であり、特に、粒度、粒度分布等の再現性のよい、製造安定性の優れると共に、定着領域が広く、特に低温定着性に優れ、また、また、凝集法における樹脂粒子の製造安定性、保存安定性に優れ、さらに帶電性、特に、環境安定性、経時安定性に優れた静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含む結着樹脂と、該結晶性樹脂よりも水との接触角が小さい樹脂の少なくとも1種とを含有してなることを特徴とする静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含む結着樹脂と、該結晶性樹脂よりも水との接触角が小さい樹脂の少なくとも1種とを含有してなることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【請求項2】前記静電荷像現像用トナーが、45～110℃の間に、少なくとも1つ以上の融点を有し、かつ角周波数1rad/sec、30℃における貯蔵弾性率(G'30)が $1 \times 10^5$ Pa以上であり、貯蔵弾性率(G')及び損失弾性率(G'')の値が、10℃の温度範囲で、2桁以上変化する領域を1つ以上有することを特徴とする請求項1に記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項3】少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含む結着樹脂からなる粒子と、該結晶性樹脂よりも水との接触角が小さい樹脂の少なくとも1種からなる粒子と、を攪拌混合し、前記各粒子を凝集させ、凝集粒子を形成させる工程と、前記凝集粒子をガラス転移点以上の温度に加熱することにより融合させる工程と、を含むことを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項4】請求項1又は2に記載の静電荷像現像用トナーと、キャリアとを含有してなることを特徴とする静電荷像現像剤。

【請求項5】潜像担持体上に静電潜像を形成する潜像形成工程と、トナーにより該静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程と、該トナー画像を転写材上に転写して転写画像を形成する転写工程と、該転写画像を定着する定着工程とを含む画像形成方法であって、前記トナーが請求項1又は2に記載の静電荷像現像用トナーであることを特徴とする画像形成方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法等による画像形成の際に好適に用いられる静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法に関し、詳しくは、凝集法により得られる静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】電子写真法等のように、静電荷像を経て画像情報を可視化する方法は現在各種の分野で広く利用されている。前記電子写真法においては、帶電工程、露光工程等を経て感光体上に静電荷像を現像し、転写工程、定着工程等を経て前記静電荷像が可視化される。

【0003】電子写真法において、帶電工程、露光工程等により感光体上に静電荷像を現像し、転写工程を経た定着基材上のトナーは、定着工程において加熱された定着部材により加熱されることで溶融し、前記定着基材表

面へ定着される。前記定着工程では前記定着部材により前記トナーだけでなく前記定着基材をも必要温度に加熱されないとトナーは定着基材上へは定着されないことが知られている。定着基材への加熱が不十分であると、前記定着部材からの加熱によりトナーだけが溶融し、定着部材へ付着するいわゆるコールドオフセットが発生する。また、加熱が十分すぎるとトナーの粘度が減少して定着層の一部または全部が定着部材側に付着するいわゆるホットオフセットが発生する。したがって、定着部材からの加熱により前記コールドオフセットと前記ホットオフセットが共に発生しない定着領域が必要である。

【0004】一方、エネルギーの省力化への要求の高まりに伴い、ある程度の使用電力を占める定着工程の省電力化と前記定着領域を拡大させるためには、トナーの定着温度をより低温化させる必要がある。トナー定着温度を低温化させることにより、前記省電力化と前記定着領域の拡大に加えて、電源入力時の定着ロール表面の定着可能温度までの待ち時間、いわゆるウォームアップタイムの短時間化、定着ロールの長寿命化が可能である。

【0005】しかしながら、トナーの定着温度を低温化させることは、同時にトナー粒子のガラス転移点も低下させてしまうことになり、トナーの保存性との両立が困難となる。低温定着化とトナー保存性の両立のためにには、トナーのガラス転移点をより高温に保ったまま、高温領域でトナーの粘度が急速に低下するいわゆるシャープメルト性をもつことが必要である。

【0006】一般的に、トナーに使用される樹脂は、通常ある程度ガラス転移点、分子量等に幅を持つため、前記シャープメルト性を得るためにには、極端に樹脂の組成、分子量をそろえる必要があり、前記樹脂を得るためにには、特殊な製法を用いたり、樹脂をクロマトグラフィー等で処理することにより樹脂の分子量を整える必要が生じてしまい、この場合樹脂作製のためのコストが高くなるおそれ、またその際に不要な樹脂が生じ、近年の環境保護の観点からも好ましくない。

【0007】トナーの定着温度を低下させる方法として、結着樹脂として結晶性樹脂を用いることが提案され、例えば、特開昭62-129867号公報、特開昭62-170971号公報、特開昭62-170972号公報、特開昭62-205365号公報、特開昭62-276565号公報、特開昭62-276566号公報、特開昭63-038949号公報、特開昭63-038950号公報、特開昭63-038951号公報、特開昭63-038952号公報、特開昭63-038953号公報、特開昭63-038954号公報、特開昭63-038955号公報、特開昭63-038956号公報、特開平05-001217号公報、特開平06-148936号公報、特開平06-194874号公報、特開平05-005056号公報、特開平05-112715号公報には、様々な結晶性樹脂を用いた検

討がなされている。これらの方法によれば定着温度を低下させることが出来るものの、これらの樹脂は定着温度領域における粘度の温度に対する傾きが大きいために、定着時に基材に対する染み込みを生じ易く、そのため定着むらを生じ易い。更に、前記粘度の温度に対する傾きが大きいことは、トナーの作製時、例えば混練時に十分な粘性が得られないため、樹脂に対する着色剤、離型剤等の分散性が安定せず、発色性や定着性にむらのあるトナーを生じ易かったり、粉碎が困難になるため、小粒径のトナーが得られ難くなったりする問題を生ずる。

【0008】この問題を解決するために、例えば増粘剤、粉碎助剤等の助剤を添加する方法があるが、その場合それらの助剤が樹脂中に分散し、結晶性を崩してしまうため好ましくない。

【0009】近年、粒子の形状及び表面組成を意図的に制御したトナーを製造する手段として、特開昭63-282752号公報や特開平6-250439号公報において凝集法が提案されている。前記凝集法は、乳化重合あるいは分散乳化等の方法により樹脂分散液を作製し、一方で、溶媒に着色剤を分散させた着色剤粒子分散液を作製し、これらを混合してトナー粒径に相当する凝集粒子を形成させた後、加熱することによって融合し、トナー粒子を得る方法である。この凝集法によると、加熱温度条件を選択することにより、トナー形状を不定形から球形まで任意に制御することが可能である。

【0010】前記凝集法では、樹脂粒子をガラス転移温度付近まで加熱させることによって、樹脂粒子表面を部分的に溶融させ、凝集粒子を発生しやすくさせる方法が一般的であり、前記結晶性樹脂も同様に凝集粒子を発生させることが出来る。しかしながら前記結晶性樹脂粒子表面は、特に融点付近における粘度変化が大きいため、一般的な非結晶の樹脂に比較して、樹脂粒子表面を部分的に溶解させる温度領域は狭く、凝集温度が低い場合、凝集粒子は不安定で壊れ易く、また凝集温度が高い場合、逆に粒子は成長し易くなり、結果、粒度の制御性が悪化するという問題を生じる。また、結晶性樹脂を用いた凝集法の場合、乳化粒子を得るために、何らかの分散剤、親水性の官能基等を樹脂内部に含有させる必要があり、この場合樹脂の結晶性が悪化してしまい好ましくない。

#### 【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、静電荷像現像用トナー、特にフルカラートナーにおける従来の諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明の第一の目的は、製造方法が簡単であり、特に、粒度、粒度分布等の再現性のよい、製造安定性の優れた静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法を提供することである。本発明の第二の目的は、定着領域が広く、特に低温定着性に優れた静電荷像現像用トナー及

びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法を提供することである。本発明の第三の目的は、凝集法における樹脂粒子の製造安定性、保存安定性に優れた静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法を提供することである。本発明の第四の目的は、帶電性、特に、環境安定性、経時安定性に優れた静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法を提供することである。

10

#### 【0012】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するための手段は以下の通りである。即ち、本発明は

<1>少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含む結着樹脂と、該結晶性樹脂よりも水との接触角が小さい樹脂の少なくとも1種とを含有してなることを特徴とする静電荷像現像用トナー。

20

<2>前記静電荷像現像用トナーが、45～110℃の間に、少なくとも1つ以上の融点を有し、かつ角周波数  $1\text{ rad/sec}$ 、30℃における貯蔵弾性率 ( $G' 30$ ) が  $1 \times 10^5 \text{ Pa}$  以上であり、貯蔵弾性率 ( $G'$ ) 及び損失弾性率 ( $G''$ ) の値が、10℃の温度範囲で、2桁以上変化する領域を1つ以上有することを特徴とする前記<1>に記載の静電荷像現像用トナー。

30

<3>少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含む結着樹脂からなる粒子と、該結晶性樹脂よりも水との接触角が小さい樹脂の少なくとも1種からなる粒子と、を攪拌混合し、前記各粒子を凝集させ、凝集粒子を形成させる工程と、前記凝集粒子をガラス転移点以上の温度に加熱することにより融合させる工程と、を含むことを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

30

<4>前記<1>又は<2>に記載の静電荷像現像用トナーと、キャリアとを含有してなることを特徴とする静電荷像現像剤。

40

<5>潜像担持体上に静電潜像を形成する潜像形成工程と、トナーにより該静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程と、該トナー画像を転写材上に転写して転写画像を形成する転写工程と、該転写画像を定着する定着工程とを含む画像形成方法であって、前記トナーが前記<1>又は<2>に記載の静電荷像現像用トナーであることを特徴とする画像形成方法。

#### 【0013】

【発明の実施の形態】本発明の静電荷像現像用トナーは、少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含む結着樹脂と、該結晶性樹脂よりも水との接触角が小さい樹脂（以下、「特定の樹脂」ということがある）の少なくとも1種とを含有してなる。

50

【0014】一般に、結着樹脂として用いる結晶性樹脂は、非結晶の樹脂に比較した場合、融点を有することから特定温度における粘度低下が大きく、これは樹脂分子

が熱的に活動を始めてから、定着可能領域までの温度差を小さくすることが出来るため、定着領域が広く、特に低温定着性に優れた樹脂とすることが可能である。これは、ガラス転移点で樹脂分子が熱的に活動を開始し、緩やかに粘度が低下する非結晶性樹脂にはない利点である。しかし、上述に示したように、凝集法によるトナー作製においては、結晶性樹脂の凝集性は非常に弱く不安定であり、トナーの凝集粒子は不安定で壊れ易くなったり、粒度の制御性が悪い。このため、本発明の静電荷像現像用トナーは、本来凝集性の弱く不安定である結晶性樹脂と共に、特定の樹脂（適当な親水性を有する樹脂）を併用することにより、凝集法における凝集粒子を形成する際、各種粒子の凝集時の親水性を上げることができるだけでなく、結晶性樹脂粒子と特定の樹脂粒子間の接触角の差によって、凝集粒子内により親水性の高い粒子が凝集粒子表面に存在し易くなるので、凝集粒子の安定性を向上させることができる。従って、製造方法が簡単であり、特に粒度、粒度分布等の再現性がよく、製造安定性に優れると共に、定着領域が広く、特に低温定着性に優れる。また、凝集法における樹脂粒子の製造安定性、保存安定性にも優れる。さらに、凝集法における結晶性樹脂粒子の分散液の作製を、例えば界面活性剤等の分散剤を用いて行っても、疎水性の高い樹脂粒子を得ることができ、これと親水性の高い特定の樹脂と併用することによって、結晶性を阻害する極性基等を持たない完全な結晶性樹脂を持ったトナーとなるので、帯電性、特に、環境安定性、経時安定性にも優れる。以下、各材料について詳しく説明する。

【0015】本発明の静電荷像現像用トナーにおいて、結着樹脂は、少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含有してなる。本発明においては、全ての結着樹脂が結晶性樹脂であってもよいし、結着樹脂の一部が結晶性樹脂で構成されてもよいが、少なくとも結晶性樹脂の結着樹脂全体に対する割合が50重量%以上であることが好ましく、より好ましくは80重量%以上である。この割合が50重量%未満であると、結着樹脂のシャープマルト性よりも、結晶性を持たない樹脂の溶融挙動が支配的になり易く、良好な低温定着性が得られなくなる場合がある。

【0016】結晶性樹脂は、アルキル基等の特定の官能基を有するユニットが複数個連続した構造を持ち、前記官能基部分が規則的に配列することにより、分子が結晶化しやすいものであり、非晶質の樹脂と比較して、昇温時に急激に粘度が低下するのが特徴である。この粘度の低下は、貯蔵弹性率、損失弹性率の低下が10°Cの範囲当たり2桁以上であることが好ましい。

【0017】結晶性樹脂は、少なくとも1つの融点を有するが、これにより、高い保存安定性と低温定着性とを同時に確保することができる。即ち、融点以下での温度においては、粘度が高いために画像保存時の安定性が優

れ、融点を超えると粘度が急激に低下するため、より定着し易い粘度領域を確保することできる。

【0018】結晶性樹脂としては、少なくとも1つの融点を有し、且つ結晶性を持つ樹脂を構成し得る重合性単量体及び樹脂であれば特に制限はなく、具体例としては、アジピン酸、ピメリン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸、トリデカン二酸等の長鎖アルキルのジカルボン酸類；ブタンジオール、ペントンジオール、ヘキサンジオール、ヘプタンジオール、オクタンジオール、ノナンジオール、デカンジオール、パチルアルコール等の長鎖アルキル、アルケニルのジオール類を用いたポリエステル樹脂；（メタ）アクリル酸アミル、（メタ）アクリル酸ヘキシル、（メタ）アクリル酸ヘプチル、（メタ）アクリル酸オクチル、（メタ）アクリル酸ノニル、（メタ）アクリル酸デシル、（メタ）アクリル酸ウンデシル、（メタ）アクリル酸トリデシル、（メタ）アクリル酸ミリスチル、（メタ）アクリル酸セチル、（メタ）アクリル酸ステアリル、（メタ）アクリル酸オレイル、（メタ）アクリル酸ベヘニル等の長鎖アルキル、アルケニルの（メタ）アクリル酸エステルを用いたビニル系樹脂；等が挙げられる。これらの重合性単量体は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0019】結晶性樹脂は、結着樹脂としての融点、分子量等の調整の目的で上記の重合性単量体以外により短鎖のアルキル基、アルケニル基、芳香環等を有する化合物（例えばジカルボン酸、ジオール類、短鎖アルキルのビニル系重合性単量体等）を使用することもできる。具体例としては、ジカルボン酸としては、コハク酸、マロン酸、シュウ酸等のアルキルジカルボン酸類；フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ホモフタル酸、4,4'-一ビ安息香酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸類；ジピコリン酸、ジニコチン酸、キノリン酸、2,3-ピラジンジカルボン酸等の含窒素芳香族ジカルボン酸類；等が挙げられる。ジオール類としては、コハク酸、マロン酸、アセトンジカルボン酸、ジグリコール酸等の短鎖アルキルのジオール類；等である。短鎖アルキルのビニル系重合性単量体としては、（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル、（メタ）アクリル酸プロピル、（メタ）アクリル酸ブチル等の短鎖アルキル、アルケニルの（メタ）アクリル酸エステル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン、ブタジエン、イソブレン等のオレフィン類；等である。これらの重合性単量体は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を併用して

50 もよい。

【0020】結晶性樹脂と共に、樹脂として共重合可能なものであれば、親水性極性基を有する化合物を用いることもできる。具体例としては、仮に樹脂がポリエステルである場合、スルホニルテレフタル酸ナトリウム塩、3-スルホニルイソフタル酸ナトリウム塩等の芳香環に直接スルホニル基が置換したジカルボン酸化合物が挙げられ、また樹脂がビニル系樹脂の場合は、(メタ)アクリル酸、イタコン酸等の不飽和脂肪族カルボン酸類、グリセリンモノ(メタ)アクリレート、脂肪酸変性グリシジル(メタ)アクリレート、ジンクモノ(メタ)アクリレート、ジンクジ(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ポリエチレンジリコール(メタ)アクリレート、ポリプロピレンジリコール(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル酸とアルコール類とのエステル類、オルト、メタ、パラ位のいずれかにスルホニル基を有するスチレンの誘導体、スルホニル基含有ビニルナフタレン等のスルホニル基置換芳香族ビニル等である。

【0021】結晶性樹脂と共に、高温度領域における定着時のホットオフセット等を防止する目的で、必要に応じて架橋剤を用いることもできる。架橋剤の具体例としては、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタレン等の芳香族の多ビニル化合物類；フタル酸ジビニル、イソフタル酸ジビニル、テレフタル酸ジビニル、ホモフタル酸ジビニル、トリメシン酸ジビニル/トリビニル、ナフタレンジカルボン酸ジビニル、ビフェニルカルボン酸ジビニル等の芳香族多価カルボン酸の多ビニルエステル類；ビリジンジカルボン酸ジビニル等の含窒素芳香族化合物のジビニルエステル類；ピロール、チオフェン等の不飽和複素環化合物類；ピロムチン酸ビニル、フランカルボン酸ビニル、ピロール-2-カルボン酸ビニル、チオフェンカルボン酸ビニル等の不飽和複素環化合物カルボン酸のビニルエステル類；ブタンジオールメタクリレート、ヘキサンジオールアクリレート、オクタンジオールメタクリレート、デカンジオールアクリレート、ドデカンジオールメタクリレート等の直鎖多価アルコールの(メタ)アクリル酸エステル類；ネオペンチルグリコールジメタクリレート、2-ヒドロキシ、1、3-ジアクリロキシプロパン等の分枝、置換多価アルコールの(メタ)アクリル酸エステル類；ポリエチレンジリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレンポリエチレンジリコールジ(メタ)アクリレート類；コハク酸ジビニル、フマル酸ジビニル、マレイン酸ビニル/ジビニル、ジグリコール酸ジビニル、イタコン酸ビニル/ジビニル、アセトジカルボン酸ジビニル、グルタル酸ジビニル、3, 3'-チオジプロピオン酸ジビニル、*trans*-アコニット酸ジビニル/トリビニル、アジピン酸ジビニル、ピメリシン酸ジビニル、スペリン酸ジビニル、アゼライン酸ジビニル、セバシン酸ジビニル、ドデカン二酸ジビニル、ブラシル酸ジビニル等の多価カルボン酸の多ビニルエス

テル類；等が挙げられる。

【0022】特に、結晶性樹脂がポリエステルである場合、フマル酸、マレイン酸、イタコン酸、*trans*-アコニット酸等の不飽和の多カルボン酸類を、ポリエステル中に共重合させ、その後樹脂中の多重結合部分同士、または他のビニル系化合物を用いて架橋させる方法を用いてもよい。これらの架橋剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を併用して用いてもよい。

【0023】これらの架橋方法は、重合性単量体の重合時に架橋剤と共に重合し架橋させる方法でもよいし、不飽和部分は樹脂中に残留させ、樹脂を重合させた後、あるいはトナー作製の後、不飽和部分を架橋反応により架橋させる方法でもよい。

【0024】結晶性樹脂がポリエステルである場合、重合性単量体は縮重合により、重合することができる。縮重合用触媒としては、公知のものを使用することができる、具体例としては、チタンテトラブトキサイド、ジブチルスズオキサイド、二酸化ゲルマニウム、三酸化アンチモン、酢酸スズ、酢酸亜鉛、二硫化スズ等が挙げられる。

【0025】結晶性樹脂がビニル系樹脂である場合、重合性単量体はラジカル重合により、重合することができる。前記ラジカル重合用開始剤としては、乳化重合可能なものであれば、特に制限はない。具体的には、過酸化水素、過酸化アセチル、過酸化クミル、過酸化*tert*-ブチル、過酸化プロピオニル、過酸化ベンゾイル、過酸化クロロベンゾイル、過酸化ジクロロベンゾイル、過酸化プロモメチルベンゾイル、過酸化ラウロイル、過硫酸アンモニウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、ペルオキシ炭酸ジイソプロピル、テトラリンヒドロペルオキシド、1-フェニル-2-メチルプロピル-1-ヒドロペルオキシド、過トリフェニル酢酸-*tert*-ブチルヒドロペルオキシド、過蟻酸*tert*-ブチル、過酢酸*tert*-ブチル、過安息香酸*tert*-ブチル、過フェニル酢酸*tert*-ブチル、過メトキシ酢酸*tert*-ブチル、過N-(3-トルイル)カルバミン酸*tert*-ブチル等の過酸化物類；2, 2'-アゾビスプロパン、2, 2'-ジクロロ-2, 2'-アゾビスプロパン、1, 1'-アゾ(メチルエチル)ジアセテート、40 2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)塩酸塩、2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)硝酸塩、2, 2'-アゾビスイソブタン、2, 2'-アゾビスイソブチルアミド、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス-2-メチルプロピオン酸メチル、2, 2'-ジクロロ-2, 2'-アゾビスブタン、2, 2'-アゾビス-2-メチルブチロニトリル、2, 2'-アゾビスイソ酪酸ジメチル、1, 1'-アゾビス(1-メチルブチロニトリル-3-スルホン酸ナトリウム)、2-(4-メチルフェニルアゾ)-2-メチルマ

酸、3, 5-ジヒドロキシメチルフェニルアゾ-2-メチルマロノジニトリル、2-(4-ブロモフェニルアゾ)-2-アリルマロノジニトリル、2, 2'-アゾビス-2-メチルバレロニトリル、4, 4'-アゾビス-4-シアノ吉草酸ジメチル、2, 2'-アゾビス-2、4-ジメチルバレロニトリル、1, 1'-アゾビスシクロヘキサンニトリル、2, 2'-アゾビス-2-プロピルブチロニトリル、1, 1'-アゾビス-1-クロロフェニルエタン、1, 1'-アゾビス-1-シクロヘキサンカルボニトリル、1, 1'-アゾビス-1-シクロヘプタンニトリル、1, 1'-アゾビス-1-フェニルエタン、1, 1'-アゾビスクメン、4-ニトロフェニルアゾベンジルシアノ酢酸エチル、フェニルアゾジフェニルメタン、フェニルアゾトリフェニルメタン、4-ニトロフェニルアゾトリフェニルメタン、1, 1'-アゾビス-1, 2-ジフェニルエタン、ポリ(ビスフェノールA-4, 4'-アゾビス-4-シアノペンタノエート)、ポリ(テトラエチレングリコール-2, 2'-アゾビスイソブチレート)等のアゾ化合物類；1, 4-ビス(ペンタエチレン)-2-テトラゼン、1, 4-ジメトキシカルボニル-1, 4-ジフェニル-2-テトラゼン等が挙げられる。なお、前記重合開始剤は、前記架橋工程における架橋反応の開始剤としても、使用することが可能である。

【0026】本発明の静電荷像現像用トナーにおいて、特定の樹脂は、結晶性樹脂よりも水との接触角が小さいことが必要であり、特定の樹脂と結晶性樹脂との間には、水との接触角に差がある。両者の間における水との接触角の差は、3°以上であることが好ましく、5°以上であることが好ましく、より好ましくは10°以上、さらに好ましくは15°以上である。水との接触角の差が3°未満の場合には、凝集法におけるトナー作製時に、結晶性樹脂の凝集性が悪化することがある。

【0027】特定の樹脂は、水との接触角が30~120°の範囲のものであることが好ましく、より好ましくは50~120°、さらに好ましくは70~120°の範囲のものが使用される。水との接触角が30°未満の樹脂を使用すると、トナーの帶電が湿度の影響を受け易くなり、環境安定性に乏しくなってしまう場合がある。また、水との接触角が120°よりも大きい結着樹脂を使用すると、定着時に紙との密着性が悪化し、定着性に乏しいトナーとなる場合がある。なお、結晶性樹脂も同様に、水との接触角が上述の範囲のものであることが好ましい。

【0028】ここで、水との接触角の測定方法は、以下のようにして測定したものである。まず、樹脂粉体を20t/cm<sup>2</sup>程度の圧力で30秒間圧縮成型し、樹脂板を作製する。次に注射器に純水を入れて規定の大きさの水滴を作る。樹脂板を下方よりゆっくりと上げて行き、水滴と接触したら再び下に降ろし、水滴の末端の接線と

樹脂板表面との接触角度を測定する。この接触角度が接触角である。この接触角の測定は、市販の接触角計(CA-DTA型、協和界面科学社製)により行うことができる。

【0029】特定の樹脂は、結晶性樹脂の融点よりも低いガラス転移点を有する樹脂であることが、凝集法における凝集粒子の形成の際、特定の樹脂はガラス転移温度以上で粘度が低下し、各粒子間の凝集力を向上させるため、より凝集粒子の安定性、粒度、粒度分布の制御が容易にできるので、再現性のよいトナーとなる。

【0030】特定の樹脂として具体的には、スチレン、パラクロロスチレン、α-メチルスチレン等のスチレン類の単独重合体又は共重合体(スチレン系樹脂)；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のビニル基を有するエステル類の単独重合体又は共重合体(ビニル系樹脂)；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類の単独重合体又は共重合体(ビニル系樹脂)；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類の単独重合体又は共重合体(ビニル系樹脂)；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン類の単独重合体又は共重合体(ビニル系樹脂)；エチレン、プロピレン、ブタジエン、イソブレン等のオレフィン類の単独重合体又は共重合体(オレフィン系樹脂)；エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂等の非ビニル結合系樹脂、及びこれらの非ビニル結合系樹脂とビニル系モノマーとのグラフト重合体などが挙げられる。これらの樹脂は1種単独で用いても良いし、2種以上を併用しても良い。

【0031】特定の樹脂の結晶性樹脂に対する割合は、1%以上50%以下が好ましく、より好ましくは3%以上40%以下、さらに好ましくは5%以上30%以下である。前記割合が1%未満であると、凝集法によるトナー作製時における凝集粒子の親水性が不十分となることがあり、安定性に乏しくなることがあるため好ましくなく、また、50%以上であると、定着時における結晶性樹脂の効果が現れにくくなり、低温定着性が悪化することがあるため好ましくない。

【0032】本発明の静電荷像現像用トナーには、所望の各色を得るために着色剤が用いられる。このため着色剤として、シアン、マゼンタ、イエロー顔料から選ばれいいずれかを少なくとも1種以上含有することが好ましい。顔料は、1種単独で用いてもよいし、同系統の顔料を2種以上混合して用いてもよい。また異系統の顔料を2種以上混合して用いてもよい。前記着色剤としては、

例えば、クロムイエロー、ハンザイエロー、ベンジジンイエロー、スレンイエロー、キノリンイエロー、パーマネントオレンジGTR、ピラゾロンオレンジ、バルカンオレンジ、ウォッチャヤングレッド、パーマネントレッド、ブリリアントカーミン3B、ブリリアントカーミン6B、デュポンオイルレッド、ピラゾロンレッド、リソールレッド、ローダミンBレーキ、レーキレッドC、ローズベンガル、アニリンブルー、ウルトラマリンブルー、カルコオイルブルー、メチレンブルークロライド、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオキサレートなどの種々の顔料；アクリジン系、キサンテン系、アゾ系、ベンゾキノン系、アジン系、アントラキノン系、ジオキサジン系、チアジン系、アゾメチジン系、インジゴ系、チオインジゴ系、フタロシアニン系、アニリンブラック系、ポリメチジン系、トリフェニルメタン系、ジフェニルメタン系、チアゾール系、キサンテン系などの各種染料；などが挙げられる。これらの着色剤に透明度を低下させない程度にカーボンブラック等の黒色顔料、染料を混合してもよい。

【0033】着色剤の含有量としては、特に制限はないが、50重量%以下程度であればよく、2～40重量%程度であるのが好ましい。

【0034】本発明の静電荷像現像用トナーには、必要に応じて離型剤等のその他の添加物を添加することができる。離型剤の具体例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブテン等の低分子量ポリオレフィン類；加熱により軟化点を有するシリコーン類；オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリン酸アミド等の脂肪酸アミド類；カルナウバワックス、ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホホバ油等の植物系ワックス；ミツロウ等の動物系ワックス；モンタンワックス、オゾケライト、セレシン、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、フィッシャートロブッシュワックス等の鉱物・石油系ワックスなどが挙げられる。これらの離型剤は1種単独で用いてもよく、2種以上を併用して用いてもよい。

【0035】離型剤は、45～110℃の温度領域において、少なくとも1つ以上の融点を有することが、定着温度領域における離型剤の染み出しによるホットオフセットを防止する観点から好ましい。離型剤は、その融点が45～110℃であることが好ましいが、より好ましくは50～100℃、さらに好ましくは55～90℃である。45℃よりも融点が低い場合、トナーの保存性が困難になることがあり、また110℃を超えると、融点が高すぎるため低温定着が困難になることがある。

【0036】離型剤の添加量としては、0.5～50重量%であることが好ましく、より好ましくは0.5～40重量%、さらに好ましくは1～30重量%、特に好ましくは5～15重量%である。0.5重量%未満であると離型剤添加の効果がないことがあり、50重量%以上

であると、帶電性に影響が現れやすくなったり、現像機内部においてトナーが破壊されやすくなり、離型剤のキャリアへのスペント化が生じ、帶電が低下しやすくなる等の影響が現れるばかりでなく、例えばカラートナーを用いた場合、定着時の画像表面への染み出しが不十分になり易く、画像中に離型剤が在留しやすくなってしまうことがあるため、透明性が悪化し易く好ましくない。

【0037】その他の成分としては、目的に応じて、内添剤、帶電制御剤、無機粒体、有機粒体、滑剤、研磨材などが挙げられる。内添剤としては、トナー特性としての帶電性を阻害しない程度の量が使用でき、例えば、フェライト、マグネタイト、還元鉄、コバルト、マンガン、ニッケル等の金属、合金、又はこれら金属を含有する化合物などの磁性体などが挙げられる。帶電制御剤としては、特に制限はないが、特にカラートナーを用いた場合、無色または淡色のものが好ましく使用できる。例えば、4級アンモニウム塩化合物、ニグロシン系化合物、アルミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料、トリフェニルメタン系顔料などが挙げられる。無機粒体としては、例えば、シリカ、チタニア、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、リン酸三カルシウム、酸化セリウム等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が挙げられる。有機粒体としては、例えば、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコーン樹脂等の通常トナー表面の外添剤として使用される全ての粒子が挙げられる。なお、これらの無機粒体や有機粒体、流動性助剤、クリーニング助剤等として使用することができる。滑剤としては、例えば、エチレンビスステアリル酸アミド、オレイン酸アミド等の脂肪酸アミド、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウムなどの脂肪酸金属塩等が挙げられる。研磨剤としては、例えば、前述のシリカ、アルミナ、酸化セリウムなどが挙げられる。

【0038】その他の成分の含有量としては、本発明の目的を阻害しない程度であればよく、一般的には極少量であり、具体的には0.01～5重量%程度であり、0.5から2重量%程度が好ましく、0.5～2重量%程度がより好ましい。

【0039】本発明の静電荷像現像用トナーには、その表面表面に、シリカ、アルミナ、チタニア、炭酸カルシウム等の無機粒体や、ビニル系樹脂、ポリエステル樹脂、シリコーン樹脂等の樹脂粒子を、乾燥状態で煎断力を印加して添加してもよい。これらの無機粒体や樹脂粒子は、流動性助剤やクリーニング助剤等の外添剤として機能する。

【0040】本発明の静電荷像現像用トナーは、45～110℃の間に、少なくとも1つ以上の融点を有し、かつ角周波数1rad/sec、30℃における貯蔵弾性率(G'30)が $1 \times 10^5$ Pa以上であり、貯蔵弾性率(G')及び損失弾性率(G'')の値が、10℃の温度範囲で、2桁以上変化する領域を1つ以上有するこ

とが好ましい。

【0041】本発明の静電荷像現像用トナーは、45～110℃の温度領域に、少なくとも1つ以上の融点を持つことが、低温定着と、トナーの保存安定性の観点から好ましい。また、同時に角周波数1rad/sec、30℃における貯蔵弾性率(G'(30))が $1 \times 10^5$ Pa以上であることが、室温におけるトナー同士の付着性を制御する観点から好ましい。さらに、同時に貯蔵弾性率(G')及び損失弾性率(G'')の値が10℃の温度範囲で、2桁以上変化する領域を1つ以上有することが、より少ない熱量で、定着に必要な粘度を得ることができ、優れた低温定着性を持つようになる観点から好ましい。

【0042】本発明の静電荷像現像用トナーは、その融点が45～110℃であることが好ましいが、より好ましくは50～100℃、さらに好ましくは55～90℃である。45℃よりも融点が低い場合、トナーの保存性が困難になることがあり、また110℃を超えると低温定着に対する効果が減少してしまうことがあり好ましくない。前記樹脂の融点は、JISK-7121に示す方法により、求めることができる。

【0043】本発明の静電荷像現像用トナーは、角周波数1rad/sec、30℃における貯蔵弾性率(G'(30))が $1 \times 10^5$ Pa以上であることが好ましいが、より好ましくは $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^7$ Paであることが好ましく、より好ましくは $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^6$ Paである。この範囲を外れると、室温におけるトナー同士の付着性を制御することが困難になることがある。

【0044】本発明の静電荷像現像用トナーは、貯蔵弾性率(G')及び損失弾性率(G'')の値が10℃の温度範囲で、2桁以上変化する領域を1つ以上有することが好ましいが、該領域を有しない場合、定着に必要な粘度を得られないことがあるため、定着温度を高くしなければならず、低温定着特性を十分に得ることができないことがあるため好ましくない。

【0045】本発明の静電荷像現像用トナーは、該トナーの融点をTmとし、Tm+20℃における貯蔵弾性率をG'(Tm+20)、Tm+50℃における貯蔵弾性率をG'(Tm+50)とした時、下記式(1)を満たすことが好ましい。下記式(1)を外れると、定着温度に対する依存性が大きくなることがあり、高温定着時にホットオフセットが発生しやすくなり、好ましくない。

【0046】式(1)

$$0 \leq |\log G'(Tm+20) - \log G'(Tm+50)| \leq 1.5$$

【0047】本発明の静電荷像現像用トナーは、該トナーの融点をTmとし、Tm+20℃における損失弾性率をG''(Tm+20)、Tm+50℃における損失弾性率をG''(Tm+50)とした時、下記式(2)を満たすことが好ましい。下記式(2)を外れると、定着

温度に対する依存性が大きくなることがあり、高温定着時にホットオフセットが発生しやすくなり、好ましくない。

【0048】式(2)

$$0 \leq |\log G''(Tm+20) - \log G''(Tm+50)| \leq 1.5$$

【0049】本発明の静電荷像現像用トナーは、該トナーの融点をTmとし、Tm+20℃の時の損失正接tanδが、角周波数1rad/secで、 $0.01 \leq \tan \delta \leq 2$ を満たすことが好ましい。前記損失正接tanδは、上記範囲を満たすことで、紙等の定着基材に対する過度の染み込みを防止し、同時に定着可能な温度領域を拡大することができる。

【0050】本発明の静電荷像現像用トナーの体積平均粒子径は、高画質を得るという観点から、 $3 \sim 10 \mu m$ が好ましい。 $10 \mu m$ 以上である場合、現像工程において細線の再現性が劣るため、画質が低下してしまい、また $3 \mu m$ 以下であると現像剤の寿命が短くなり易く好ましくない。

【0051】本発明の静電荷像現像用トナーの表面積は、特に制限はなく、通常のトナーに用いることのできる範囲であれば、使用することができる。具体的には、BET法を用いた場合、 $0.5 \sim 10 m^2/g$ 、好ましくは $1.0 \sim 7 m^2/g$ 、より好ましくは $1.2 \sim 5 m^2/g$ 程度である。

【0052】本発明の静電荷像現像用トナーの帯電量の絶対値としては、 $10 \sim 40 \mu C/g$ が好ましく、 $15 \sim 35 \mu C/g$ がより好ましい。前記帯電量の絶対値が、 $10 \mu C/g$ 未満であると、背景部汚れが発生し易くなり、 $40 \mu C/g$ を越えると、画像濃度の低下が発生し易くなる。また、夏場( $30^\circ C / 90\% RH$ )における帯電量と冬場( $10^\circ C / 10\% RH$ )における帯電量との比率としては、 $0.5 \sim 1.5$ が好ましく、 $0.7 \sim 1.3$ がより好ましい。前記比率が、前記範囲外であると、トナーの環境依存性が強く、帯電性の安定性に欠け、実用上好ましくないことがある。

【0053】本発明の静電荷像現像用トナーは、凝集法により作製されるが、結着樹脂として結晶性樹脂と共に、特定に樹脂を用いることで、容易に、小粒径化、狭い粒度分布化等することができる。詳しくは、後述する本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法で述べる。

【0054】(本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法)本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法は、少なくとも1つの融点を有する結晶性樹脂を含む結着樹脂からなる粒子(以下、「結晶性樹脂粒子」という)と、該結晶性樹脂よりも水との接触角が小さい樹脂の少なくとも1種からなる粒子(以下、「特定の樹脂粒子」という)と、を攪拌混合し、前記各粒子を凝集させ、凝集粒子を形成させる工程(以下「凝集工程」と称することがある)と、前記凝集粒子をガラス転移点以上の温度に加

熱することにより融合させる工程（以下「融合工程」と称することがある）と、を含む。本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法は、例えば各種樹脂材料を媒体中で攪拌分散、または乳化重合等により、樹脂粒子を作製し、必要に応じて着色剤からなる粒子（以下、「着色剤粒子」という）、離型剤等のその他の成分の分散液とともにヘテロ凝集等をさせ、その後、融合させてトナー粒子を得る、所謂凝集法である。本発明の静電荷像現像用トナーは、結晶性樹脂と共に、特定の樹脂を併用するため、上述したように、トナーを、安易に作製可能であり、特に、粒度、粒度分布等の再現性よく、かつ安定して得ることができる方法である。

【0055】凝集工程においては、結晶性樹脂粒子、及び特定の樹脂粒子と、必要に応じて着色剤粒子、離型剤等のその他の添加物とを混合し、各粒子が凝集して凝集粒子を形成するが、具体的に例えば、この凝集粒子の形成には、ブラウン運動をしているサブミクロン径程度に分散乳化された各粒子が、凝集剤の存在により、約1～2μm程度の凝集粒子を形成するするいわゆる熱運動凝集が生じ、さらにこの凝集粒子を加温することによりこの凝集粒子同士を凝集させ、粒度を調整するいわゆる流動搬送凝集が起こるのが一般的である。この熱運動凝集と搬送流動凝集は同時に進行するものではないため、前記凝集法を用いて最終的に粒度分布の狭い粒子を得るためにには、約1～2μm程度の凝集粒子を安定に形成することが好ましい。この熱運動凝集が十分に進行する前に、搬送流動凝集領域の凝集を生じさせると、微粒子は残留したまま凝集が進行するため、トナーの粒度分布は広くなり好ましくない。結晶性樹脂は、樹脂分子の一部または全部が規則的に配列しているのが一般的であり、融点以下の温度領域では、温度の影響を受けにくい。そのため、前記熱運動凝集による1～2μm程度の凝集粒子の安定性が低くなる傾向があるが、本発明においては、特定の樹脂を用いることで安定性が良好となる。

【0056】融合工程においては、前記凝集粒子中の樹脂が融点以上の温度条件で溶融することで、前記各凝集粒子中の樹脂が融合し、トナー粒子が形成される。

【0057】融合工程により融合されたトナー粒子は、水系媒体中に着色粒子分散液として存在しており、これを洗浄工程において水系媒体から着色粒子を取り出すのと同時に、前記各工程において、発生した不純物等を除去し、これを乾燥工程において乾燥し、粉体としてのトナー粒子を得る。

【0058】洗浄工程は、酸性、場合によっては塩基性の水を前記着色粒子に対して数倍の量で加え攪拌の後、これをろ過し、固形分を得る。これに純水を固形分に対して数倍加え、攪拌後、ろ過を行う。これを数回繰り返し、ろ過後のろ液のpHが約7になるまで繰り返し、トナー粒子（着色粒子）を得る。また、乾燥工程においては、前記洗浄工程で得られた着色粒子を融点温度未満の

温度で乾燥する。この時必要に応じて乾燥空気を循環させたり、真空条件下で加熱する等の方法がとられる。

【0059】本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法において、凝集工程は、通常、各材料（粒子）を分散液中に分散した各粒子分散溶液を用いて行われる。本発明においては、特定の樹脂粒子を用いるので、結晶樹脂粒子分散液は、分散剤、乳化剤等を含有しなくても用いることができる。このため、熱運動凝集による凝集が生じ易くことがあり、樹脂粒子分散液の保存は、40℃以下の温度で保存することが好ましい。より好ましくは20℃以下である。40℃以上で保存すると、分散時に凝集粒子を分散させる必要性が生じることがあり、分散均一性を確保できないだけでなく、凝集体攪拌の為の不要なエネルギーを必要とすることがあるため好ましくない。また、結晶性樹脂を乳化して結晶性樹脂粒子を形成する場合、結晶性樹脂の融点以上の温度で分散を行うと、結晶性樹脂の粘度が下がるために、容易に結晶性樹脂粒子分散液を得ることができる。さらに、結晶性樹脂を乳化重合して結晶性樹脂粒子を作製する時に、界面活性剤等の疎水基が樹脂粒子内部に入り込むことがないため、洗浄時に除去が可能であり、帯電性に影響を与えていため、界面活性剤等の乳化剤をも添加することが可能である。

【0060】本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法においては、結晶樹脂樹脂粒子分散液及び特定の樹脂分散液と、着色剤粒子及び離型剤等のその他成分分散液を分散安定化させることができが好ましい。結晶樹脂樹脂粒子分散液、特定の樹脂分散液はそのまま用いることができるが、着色剤粒子、離型剤等のその他成分分散液は、そのままでは分散させるのが困難であることから、また結晶樹脂樹脂粒子分散液、特定の樹脂分散液の経時安定性の理由により、若干量の界面活性剤を用いることもできる。

【0061】界面活性剤としては、例えば、硫酸エステル塩系、スルホン酸塩系、リン酸エステル系、せっけん系等のアニオン界面活性剤；アミン塩型、4級アンモニウム塩型等のカチオン界面活性剤；ポリエチレングリコール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン系界面活性剤などが挙げられる。これらの中でもイオン性界面活性剤が好ましく、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤がより好ましい。特に、一般的にはアニオン系界面活性剤は分散力が強く、樹脂粒子、着色剤の分散に優れているため、離型剤を分散させるための界面活性剤としてはカチオン系界面活性剤が有利である。また、非イオン系界面活性剤は、前記アニオン系界面活性剤又はカチオン系界面活性剤と併用されるのが好ましい。これら界面活性剤は、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0062】アニオン系界面活性剤の具体例としては、

ラウリン酸カリウム、オレイン酸ナトリウム、ヒマシ油ナトリウム等の脂肪酸セッケン類；オクチルサルフェート、ラウリルサルフェート、ラウリルエーテルサルフェート、ノニルフェニルエーテルサルフェート等の硫酸エステル類；ラウリルスルホネート、ドデシルベンゼンスルホネート、トリイソブチルナフタレンスルホネート、ジブチルナフタレンスルホネートなどのアルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホネートホルマリン縮合物、モノオクチルスルホサクシネート、ジオクチルスルホサクシネート、ラウリン酸アミドスルホネート、オレイン酸アミドスルホネート等のスルホン酸塩類；ラウリルホスフェート、イソプロピルホスフェート、ノニルフェニルエーテルホスフェート等のリン酸エステル類；ジオクチルスルホコハク酸ナトリウムなどのジアルキルスルホコハク酸塩類、スルホコハク酸ラウリル2ナトリウム等のスルホコハク酸塩類；などが挙げられる。

【0063】カチオン系界面活性剤の具体例としては、ラウリルアミン塩酸塩、ステアリルアミン塩酸塩、オレイルアミン酢酸塩、ステアリルアミン酢酸塩、ステアリルアミノプロピルアミン酢酸塩等のアミン塩類；ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、ラウリルジヒドロキシエチルメチルアンモニウムクロライド、オレイルビスポリオキシエチレンメチルアンモニウムクロライド、ラウロイルアミノプロピルジメチルエチルアンモニウムエトサルフェート、ラウロイルアミノプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウムバーコロレート、アルキルベンゼンゼンジメチルアンモニウムクロライド、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド等の4級アンモニウム塩類；などが挙げられる。

【0064】非イオン性界面活性剤の具体例としては、ポリオキシエチレンオクチルエーテル、ポリオキシエレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等のアルキルエーテル類；ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル等のアルキルフェニルエーテル類；ポリオキシエチレンラウレート、ポリオキシエチレンステアレート、ポリオキシエチレンオレート等のアルキルエステル類；ポリオキシエチレンラウリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンステアリルアミノエーテル、ポリオキシエチレンオレイルアミノエーテル、ポリオキシエチレン大豆アミノエーテル、ポリオキシエチレン牛脂アミノエーテル等のアルキルアミン類；ポリオキシエチレンラウリン酸アミド、ポリオキシエチレンステアリン酸アミド、ポリオキシエチレンオレイン酸アミド等のアルキルアミド類；ポリオキシエチレンヒマシ油エーテル、ポリオキシエチレンナタネ油エーテル等の植物油エーテル類；ラウリン

酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド等のアルカノールアミド類；ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノパルミエート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート等のソルビタンエステルエーテル類；などが挙げられる。

【0065】界面活性剤の各分散液中における含有量としては、本発明を阻害しない程度であれば特に制限はなく、一般的には少量であり、具体的には結晶樹脂樹脂粒子分散液、特定の樹脂分散液の場合、0.01～1重量%程度であり、より好ましくは0.02～0.5重量%であり、さらに好ましくは0.1～0.2重量%程度である。含有量が0.01重量%未満の場合、特に樹脂粒子分散液のpHが十分に塩基性でない時に、凝集を生じる場合がある。また、着色剤粒子分散液、離型剤等のその他の成分分散液の場合、含有量は、0.01～10重量%程度であり、より好ましくは0.1～5重量%であり、さらに好ましくは0.5～2重量%程度である。この含有量が0.01重量%未満の場合、凝集時に各粒子間の安定性が異なるため、特定粒子の遊離が生じる等の問題が起こることがあり、また10重量%を越えると粒子の粒度分布が広くなったり、また粒子径の制御が困難になることがある等の理由から好ましくない。

【0066】本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法において、前記各分散液における分散媒としては、例えば水系媒体などが挙げられる。水系媒体としては、例えば、蒸留水、イオン交換水等の水、アルコールなどが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0067】本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法において、凝集工程では、凝集粒子の安定化、粒度／粒度分布制御を目的として、前記凝集粒子とは極性が異なるイオン性界面活性剤や、金属塩等の一価以上の電荷を有する化合物を添加することもできる。また、粒子の凝集を安定に、また迅速に、またはより狭い粒度分布を持つ凝集粒子を得る方法として、凝集剤を添加することもできる。

【0068】凝集剤としては、一価以上の電荷を有する化合物が好ましく、凝集剤として一価以上の電荷を有する化合物の具体例としては、前述のイオン性界面活性剤、ノニオン系界面活性剤等の水溶性界面活性剤類、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、シュウ酸等の酸類、塩化マグネシウム、塩化ナトリウム、硫酸アルミニウム、硫酸カルシウム、硫酸アンモニウム、硝酸アルミニウム、硝酸銀、硫酸銅、炭酸ナトリウム等の無機酸の金属塩、酢酸ナトリウム、蟻酸カリウム、シュウ酸ナトリウム、フタル酸ナトリウム、サリチル酸カリウム等の脂肪族酸、芳香族酸の金属塩、ナトリウムフェノレート等のフェノール類の金属塩、アミノ酸の金属塩、トリエタノールアミ

ン塩酸塩、アニリン塩酸塩等の脂肪族、芳香族アミン類の無機酸塩類等が挙げられる。凝集粒子の安定性、凝集剤の熱や経時に対する安定性、洗浄時の除去を考慮した場合、無機酸の金属塩が性能、使用の点で好ましい。

【0069】凝集剤の添加量は、電荷の価数により異なるが、いずれも少量であって、一価の場合は3重量%以下程度、二価の場合は1重量%以下程度、三価の場合は0.5重量%以下程度である。凝集剤の量は少ない方が好ましいため、価数の多い化合物が好ましい。

【0070】なお、本発明の静電荷像現像用トナーの製造方法においては、各樹脂粒子を乳化重合により作製し、必要に応じて顔料等の着色剤及び離型剤等のその他の成分の分散液とともにヘテロ凝集させ、これをガラス転移点以上の温度で溶融することによりトナー粒子を得るものであるが、例えば着色剤や、離型剤を核としてシード重合等の手段により得られた着色樹脂粒子や、離型剤内包樹脂粒子等をヘテロ凝集させて、溶融しても問題はない。

【0071】(静電荷像現像剤) 本発明の静電荷現像剤は、前記発明の静電荷像現像用トナーと、キャリアとを含有してなる。本発明の静電荷現像剤は、前記本発明の静電荷像現像用トナーを含有する以外は特に制限はなく、目的に応じて適宜の成分組成をとることができる。なお、前記本発明の静電荷像現像用トナーを、単独で用いると一成分系の静電荷像現像剤として調製され、また、キャリアと組み合わせて用いると二成分系の静電荷像現像剤として調製される。

【0072】キャリアとしては、特に制限はなく、それ自体公知のキャリアが挙げられるが、特に樹脂被覆キャリアを用いることが好ましい。樹脂被覆キャリアとしては特開昭62-39879号公報、特開昭56-11461号公報等に記載された樹脂被覆キャリア等の公知のキャリアを使用することができる。例えば以下に示す樹脂被覆キャリアが挙げられる。即ち、該キャリアの核体粒子としては、通常の鉄粉、フェライト、マグネタイト造粒物などが挙げられ、その平均径は、30~200μm程度である。核体粒子の被覆樹脂としては、例えば、スチレン、パラクロロスチレン、α-メチルスチレン等のスチレン類、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のα-メチレン脂肪酸モノカルボン酸類、ジメチルアミノエチルメタクリレート等の含窒素アクリル類、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン等のビニルピリジン類、ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類、エチレン、

プロピレン等のオレフィン類、弗化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、ヘキサフルオロプロピレン等のビニル系フッ素含有モノマー等の単独重合体、又は2種類以上のモノマーからなる共重合体、メチルシリコーン、メチルフェニルシリコーン等のシリコーン類、ビスフェノール、グリコール等を含有するポリエステル類、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂等が挙げられる。これらの樹脂は、1種単独で用いてもよいし、あるいは2種以上併用してもよい。該被覆樹脂の量としては、該核体粒子に対して0.1~10重量部程度であり、0.5~3.0重量部が好ましい。また、キャリアの製造には、加熱型ニーダー、加熱型ヘンシェルミキサー、UMミキサーなどを使用することができ、前記被覆樹脂の量によっては、加熱型流動転動床、加熱型キルンなどを使用することができる。なお、前記本発明の静電荷像現像用トナーと、キャリアとの混合比としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。

【0073】(画像形成方法) 本発明の画像形成方法は、潜像担持体上に静電潜像を形成する潜像形成工程と、トナーにより該静電潜像を現像してトナー画像を形成する現像工程と、該トナー画像を転写材上に転写して転写画像を形成する転写工程と、該転写画像を定着する定着工程とを含む画像形成方法であって、該トナーが前記本発明の静電荷像現像用トナーである。本発明の画像形成方法は、トナーとして前記本発明の静電荷現像用トナーを用いることで、細線再現性に優れ、また地かぶりがなく、かつ低温定着性に優れる方法である。

【0074】本発明の画像形成方法において、前記各工程は、それ自体一般的な工程であり、例えば特開昭56-40868号公報、特開昭49-91231号公報等に記載されている。なお本発明の画像形成方法は、それ自体公知のコピー機、ファクシミリ機等の画像形成装置を用いて実施することができる。

#### 【0075】

【実施例】以下本発明の実施例について説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。なお、以下において、「部」は重量部を意味する。

【0076】実施例における各測定は以下に示すように行った。

- トナーの平均粒径は、コールターカウンター(ベックマンコールター社製、TA2型)を用いて測定した。
- トナーの粒度分布は、小粒径からの積算体積径で50%になった粒径を、16%になった粒径で割ったものの平方根であり、GSDで表す。
- トナー粒子における樹脂の融点およびガラス転移温度は、示差走査熱量計(島津製作所社製、DSC-50)を用い、昇温速度3°C/分の条件下で測定した。
- トナー粒子における正接損失(tan δ)は粘弹性測

21

定装置（レオメトリックサイエンティフィックFE社製、ARES）を用い、静電荷像現像用トナーを錠剤に成形し、8mmのパラレルプレートにセットし、ノーマルフォースを0とした後に1rad/secの振動周波数で振動を与えた。なお測定温度は40℃から開始し、200℃まで継続した。測定時間インターバルは120秒、測定開始後の昇温速度は1℃/分で測定した。さらに測定中各測定温度において歪み量を適切に維持し、適

## -樹脂粒子分散液(1)の調製-

セバシン酸  
エチレングリコール  
フマル酸  
ジブチルスズ

(以上和光純薬(株)製)

【0078】以上をフラスコ内で混合し、減圧雰囲気下で240℃に加熱して6時間脱水縮合し樹脂を得た。冷却後のこの樹脂の融点は72℃、水との接触角は88°であった。更にこの樹脂150部を蒸留水850部中に

## -樹脂粒子分散液(2)の調製-

コハク酸  
ブタンジオール  
フマル酸  
ジブチルスズ

(以上和光純薬(株)製)

【0080】以上を樹脂粒子分散液(1)と同様の条件で脱水縮合し、91℃の融点、水との接触角が86°の樹脂を得た。これを樹脂粒子分散液(1)と同様の条件

## -樹脂粒子分散液(3)の調製-

アゼライン酸  
ブタンジオール  
フマル酸  
ジブチルスズ

(以上和光純薬(株)製)

【0082】以上を樹脂粒子分散液(1)と同様の条件で脱水縮合し、60℃の融点、水との接触角が89°の樹脂を得た。これを樹脂粒子分散液(1)と同様の条件

## -樹脂粒子分散液(4)の調製-

テレフタル酸  
デカンジオール  
フマル酸  
ジブチルスズ

(以上和光純薬(株)製)

【0084】以上を樹脂粒子分散液(1)と同様の条件で脱水縮合し、86℃の融点、水との接触角が82°の樹脂を得た。これを樹脂粒子分散液(1)と同様の条件

## -樹脂粒子分散液(5)の調製-

セバシン酸  
エチレングリコール  
イソフタル酸-5-スルホン酸ナトリウム  
フマル酸

22

切な測定値が得られるように適宜調整を行った。・樹脂の水との接触角は、接触角計（協和界面科学社製：CA-DTA型）を用い、樹脂をトルエン等の溶媒に溶解し、ガラス板等の板上に塗布した後、乾燥して作製した樹脂表面に、水滴を接触させその接触角を室温にて測定した。

## 【0077】

.....	940.	7部
.....	310.	5部
.....	40.	6部
.....	2.	0部

入れ、85℃に加熱しながらホモジナイザー（IKAジャパン社製：ウルトラタラックス）にて混合攪拌して、樹脂粒子分散液(1)を得た。

## 【0079】

.....	679.	4部
.....	450.	5部
.....	40.	6部
.....	2.	5部

で攪拌混合し樹脂粒子分散液(2)を得た。

## 【0081】

.....	875.	1部
.....	450.	5部
.....	40.	7部
.....	2.	0部

で、攪拌混合し樹脂粒子分散液(3)を得た。

## 【0083】

.....	772.	4部
.....	871.	5部
.....	40.	6部
.....	2.	0部

で攪拌混合し樹脂粒子分散液(4)を得た。

## 【0085】

.....	900.	2部
.....	450.	5部
.....	53.	2部
.....	40.	6部

23

ジブチルスズ

(以上和光純薬(株)製)

【0086】以上を樹脂粒子分散液(1)と同様の条件で脱水縮合し、69℃の融点、水との接触角が89°の樹脂を得た。これを樹脂粒子分散液(1)と同様の条件

-樹脂粒子分散液(6)の調製-

スチレン

アクリル酸ステアリル

ドデシルメルカプタン

(以上和光純薬(株)製)

デカニジオールジアクリル酸エステル

(新中村化学(株)製)

【0088】以上を混合し、溶解したものを、アニオン性界面活性剤(日本油脂(株)製:ニューレックスペーストH)20部をイオン交換水1300部に溶解したもに、フラスコ中で分散し、乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム(和光純薬(株)製)20部を溶解したイオン交換水200部を投

-樹脂粒子分散液(7)の調製-

セバシン酸

エチレングリコール

イソフタル酸-5-スルホン酸ナトリウム

フマル酸

ジブチルスズ

(以上和光純薬(株)製)

【0090】以上を樹脂粒子分散液(1)と同様の条件で脱水縮合し、59℃の融点、水との接触角が79°の樹脂を得た。これを樹脂粒子分散液(1)と同様の条件

-樹脂粒子分散液(8)の調製-

スチレン

アクリル酸ステアリル

アクリル酸

ドデシルメルカプタン

(以上和光純薬(株)製)

デカニジオールジアクリル酸エステル

(新中村化学(株)製)

【0092】以上を混合し、溶解したものを、アニオン性界面活性剤(日本油脂(株)製:ニューレックスペーストH)18部をイオン交換水1300部に溶解したもに、フラスコ中で分散し、乳化し、10分間ゆっくりと混合しながら、これに過硫酸アンモニウム(和光純薬(株)製)16部を溶解したイオン交換水200部を投

入し、窒素置换を行なった後、前記フラスコ内を攪拌し

-着色剤粒子分散液(1)の調製-

フタロシアニン顔料

(大日精化(株)製:PV FAST BLUE)

アニオン界面活性剤

(第一工業製薬(株)社製:ネオゲンRK)

イオン交換水

24

..... 2.0部

で、攪拌混合し樹脂粒子分散液(5)を得た。

【0087】

..... 300部

..... 700部

..... 6部

..... 4部

入し、窒素置换を行なった後、前記フラスコ内を攪拌しながら内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し、洗净、乾燥し61℃の融点、水との接触角が82°の樹脂粒子分散液(6)を調製した。

【0089】

..... 738.4部

..... 310.5部

..... 266.2部

..... 40.6部

..... 2.0部

で、攪拌混合し樹脂粒子分散液(7)を得た。

【0091】

..... 300部

..... 700部

..... 20部

..... 12部

..... 4部

ながら内容物が70℃になるまでオイルバスで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続した。その後、この反応液を室温まで冷却し、56℃の融点、水との接触角が74.8°の樹脂を得た。これを樹脂粒子分散液(1)と同様の条件で樹脂粒子分散液(8)を調製した。

【0093】

【0094】以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー(IKA社製:ウルトラタラックス)を用いて分散

..... 250部

..... 20部

..... 730部

25

し、着色剤（フタロシアニン顔料）を分散させてなる着色剤粒子分散液（1）を調製した。

—着色剤粒子分散液（2）の調製—

イエロー顔料	.....	200部
(クラリアントジャパン社製：PY180)		
アニオン界面活性剤	.....	20部
(日本油脂（株）社製：ニューレックスR)		
イオン交換水	.....	780部

【0095】以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタラックス）を用いて分散 10 【0097】

し、着色剤（イエロー顔料）を分散させてなる着色剤粒

—着色剤粒子分散液（3）の調製—

マゼンタ顔料	.....	300部
(大日精化（株）製：PR122)		
アニオン界面活性剤	.....	25部
(日本油脂（株）社製：ニューレックスR)		
イオン交換水	.....	675部

【0098】以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタラックス）を用いて分散 20 【0099】

し、着色剤（マゼンタ顔料）を分散させてなる着色剤粒

—着色剤粒子分散液（4）の調製—

カーボンブラック	.....	230部
(キャボット社製：リーガル330)		
アニオン界面活性剤	.....	25部
(日本油脂（株）製：ニューレックスR)		
イオン交換水	.....	745部

【0100】以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタラックス）を用いて分散 20 【0101】

し、着色剤（カーボンブラック）を分散させてなる着色

—離型剤粒子分散液の調製—

ポリエチレンワックス	.....	400部
(東洋ペトロライト社製：Polywax725)		
アニオン界面活性剤	.....	20部
(日本油脂（株）製：ニューレックスR)		
イオン交換水	.....	580部

【0102】以上を混合し、溶解させた後、ホモジナイザー（IKA社製：ウルトラタラックス）を用いて分散 50 した後、圧力吐出型ホモジナイザーで分散処理し、離型剤粒子（ポリエチレンワックス）を分散させてなる離型剤粒子分散液を調製した。 【0103】

（静電荷像現像剤（1））

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液（1）（水との接触角88°）	.....	2400部
樹脂粒子分散液（7）（水との接触角79°）	.....	600部
着色剤粒子分散液（1）	.....	100部
離型剤粒子分散液	.....	63部
過酸化ラウロイル	.....	10部
硫酸アルミニウム	.....	5部
(和光純薬社製)		
イオン交換水	.....	100部

【0104】以上を丸型ステンレス製プラスコ中に収容 50 させ、pH2. に調整した後、ホモジナイザー（IKA

26

27

社製：ウルトラタラックス T 50) を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で 68℃まで攪拌しながら加熱した。68℃で 3 時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約 4.9 μm である凝集粒子が形成されていることが確認された。更に 1 時間、68℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約 5.2 μm である凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0105】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.4であった。そこで炭酸ナトリウム(和光純薬社製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを5.0に調整した後、攪拌を継続しながら85℃まで加熱し、3時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0106】得られたトナーの平均粒径は5.3  $\mu\text{m}$ で  
(静電荷像現像剤(2))

〈凝集工程〉

## —凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液 (2) (水との接触角 86°)	2400部
樹脂粒子分散液 (7) (水との接触角 79°)	600部
着色剤粒子分散液 (1)	100部
離型剤粒子分散液	63部
過酸化ラウロイル	10部
硫酸アルミニウム	5部
(和光純薬社製)	
イオン交換水	100部

であった。そこで炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を

【0109】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH 2.0に調整した後、ホモジナイザー（IK A社製：ウルトラタラックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で84℃まで攪拌しながら加熱した。84℃で4時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.6 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に84℃で2時間加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約6.9 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0110】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.3  
(静電荷像現像剤(3))

〈凝集工程〉

## —凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液 (3) (水との接触角 89°)	2833部
樹脂粒子分散液 (7) (水との接触角 79°)	600部
着色剤粒子分散液 (1)	100部
離型剤粒子分散液	125部
過酸化ラウロイル	12部
硫酸アルミニウム	5部
(和光純薬社製)	
イオン交換水	100部

させ、pH 2.0に調整した後、ホモジ

【0113】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容 50 させ、pH 2.0 に調整した後、ホモジナイザー (IK

28

あった。得られたトナー粒子100部に対して、コロイダルシリカ（日本エロジル社製、R972）1部を外添し、ヘンシェルミキサーを用いて混合することにより、静電荷像現像用トナーを得た。

### 【0107】—静電荷像現像剤の作製—

フェライト粒子（パウダーテック社製、平均粒径 5.0  $\mu$  m）100部とメチルメタクリレート樹脂（三菱レイヨン社製、分子量 95000）3.0部とを、トルエン 500部と共に加圧式ニーダーに入れ、常温で 15 分間攪拌混合した後、減圧混合しながら 70°C まで昇温し、トルエンを留去した後、冷却し、105  $\mu$  m の篩を用いて分粒することにより、フェライトキャリア（樹脂被覆キャリア）を作製した。このフェライトキャリアと、上記静電荷像現像用トナーとを混合し、トナー濃度が 7 重量 % である二成分系の静電荷像現像剤（1）を作製した。

[0108]

であった。そこで炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を 0.5 重量% に希釗した水溶液を穏やかに添加し、pH を 4.8 に調整した後、攪拌を継続しながら 98℃ まで 加熱し、5 時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0111】得られたトナーの平均粒径は7.2 μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(2)を作製した。

【0112】

A社製：ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で49℃まで攪拌しながら加熱した。49℃で2時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.0μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に2時間49℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.2μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0114】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.5であった。そこで炭酸水素ナトリウム(和光純薬社製)

(静電荷像現像剤(4))

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液(4)	(水との接触角86°)	2400部
樹脂粒子分散液(7)	(水との接触角79°)	600部
着色剤粒子分散液(1)		100部
離型剤粒子分散液		63部
過酸化ラウロイル		10部
硫酸アルミニウム		5部

(和光純薬社製)

イオン交換水

【0117】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH2.0に調整した後、ホモジナイザー(IKA社製：ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で85℃まで攪拌しながら加熱した。85℃で3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.3μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に2時間85℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.5μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0118】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.3

(静電荷像現像剤(5))

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液(5)	(水との接触角89°)	2400部
樹脂粒子分散液(7)	(水との接触角79°)	600部
着色剤粒子分散液(1)		100部
離型剤粒子分散液		63部
過酸化ラウロイル		10部
硫酸アルミニウム		5部

(和光純薬社製)

イオン交換水

【0121】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH2.0に調整した後、ホモジナイザー(IKA社製：ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で64℃まで攪拌しながら加熱した。64℃で3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.0μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に3時間65℃で加

を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを5.5に調整した後、攪拌を継続しながら75℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0115】得られたトナーの平均粒径は4.3μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(3)を作製した。

【0116】

であった。そこで炭酸ナトリウム(和光純薬社製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを7.2に調整した後、攪拌を継続しながら95℃まで加熱し、5時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0119】得られたトナーの平均粒径は5.7μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(4)を作製した。

【0120】

熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.3μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0122】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.4であった。そこで炭酸ナトリウム(和光純薬社製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを6.0に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで

31

加熱し、5時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0123】得られたトナーの平均粒径は5.4μmで

(静電荷像現像剤(6))

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液(6)	(水との接触角82°)	900部
樹脂粒子分散液(8)	(水との接触角78°)	225部
着色剤粒子分散液(1)		100部
離型剤粒子分散液		63部
硫酸アルミニウム		5部

(和光純薬社製)

イオン交換水

【0125】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH2.0に調整した後、ホモジナイザー(1KA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で64°Cまで攪拌しながら加熱した。61°Cで3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.0μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に4時間61°Cで加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.4μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0126】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.5

(静電荷像現像剤(7))

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液(1)	(水との接触角88°)	2850部
樹脂粒子分散液(7)	(水との接触角79°)	150部
着色剤粒子分散液(1)		100部
離型剤粒子分散液		63部
過酸化ラウロイル		12部
硫酸アルミニウム		7部

(和光純薬社製)

イオン交換水

【0129】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH2.0に調整した後、ホモジナイザー(1KA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で63°Cまで攪拌しながら加熱した。63°Cで2時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.6μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に3時間63°Cで加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.8μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0130】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.7

(静電荷像現像剤(8))

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

32

あつた。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(5)を作製した。

【0124】

イオン交換水

【0125】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH2.0に調整した後、ホモジナイザー(1KA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で64°Cまで攪拌しながら加熱した。61°Cで3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.0μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に4時間61°Cで加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.4μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0126】得られたトナーの平均粒径は5.5μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(6)を作製した。

【0127】

イオン交換水

【0128】

【0129】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH2.0に調整した後、ホモジナイザー(1KA社製:ウルトラタラックスT50)を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で63°Cまで攪拌しながら加熱した。63°Cで2時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.6μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に3時間63°Cで加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.8μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0130】得られたトナーの平均粒径は4.8μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(7)を作製した。

【0131】

イオン交換水

【0132】

33

樹脂粒子分散液 (1) (水との接触角 88°)	1650部
樹脂粒子分散液 (7) (水との接触角 79°)	1350部
着色剤粒子分散液 (1)	100部
離型剤粒子分散液	63部
過酸化ラウロイル	7部
硫酸アルミニウム	7部
(和光純薬社製)	
イオン交換水	120部

【0133】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH 2.0に調整した後、ホモジナイザー (IK A社製: ウルトラタラックスT50) を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.1 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に2時間65℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.3 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0134】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.3 (静電荷像現像剤 (9))

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液 (1) (水との接触角 88°)	2347部
樹脂粒子分散液 (7) (水との接触角 79°)	587部
着色剤粒子分散液 (3)	117部
離型剤粒子分散液	63部
過酸化ラウロイル	10部
硫酸アルミニウム	5部
(和光純薬社製)	
イオン交換水	100部

【0137】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH 2.1に調整した後、ホモジナイザー (IK A社製: ウルトラタラックスT50) を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で68℃まで攪拌しながら加熱した。68℃で3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.8 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に2時間、68℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.0 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0138】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.6 (静電荷像現像剤 (10))

<凝集工程>

—凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液 (1) (水との接触角 88°)	2267部
樹脂粒子分散液 (7) (水との接触角 79°)	567部
着色剤粒子分散液 (2)	250部
離型剤粒子分散液	63部
硫酸アルミニウム	5部
(和光純薬社製)	

34

樹脂粒子分散液 (1) (水との接触角 88°)	1650部
樹脂粒子分散液 (7) (水との接触角 79°)	1350部
着色剤粒子分散液 (1)	100部
離型剤粒子分散液	63部
過酸化ラウロイル	7部
硫酸アルミニウム	7部
(和光純薬社製)	
イオン交換水	120部

であった。そこで炭酸水素ナトリウム (和光純薬社製) を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを5.2に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0135】得られたトナーの平均粒径は4.4 μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤 (1) と同様の方法で静電荷像現像剤 (8) を作製した。

【0136】

10

【0137】得られたトナーの平均粒径は5.2 μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤 (1) と同様の方法で静電荷像現像剤 (9) を作製した。

40 【0140】

35

## イオン交換水

【0141】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH 2.1に調整した後、ホモジナイザー（IK A社製：ウルトラタラックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で68℃まで攪拌しながら加熱した。68℃で3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.9 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に3時間、68℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.3 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0142】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.3

(静電荷像現像剤(11))

## &lt;凝集工程&gt;

## -凝集粒子の調製-

樹脂粒子分散液(1) (水との接触角88°)	2400部
樹脂粒子分散液(7) (水との接触角79°)	600部
着色剤粒子分散液(4)	109部
離型剤粒子分散液	63部
過酸化ラウロイル	10部
硫酸アルミニウム	5部

(和光純薬社製)

イオン交換水

【0145】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH 2.0に調整した後、ホモジナイザー（IK A社製：ウルトラタラックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。68℃で2時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.9 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に3時間、65℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.3 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0146】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.3

(静電荷像現像剤(12))

## &lt;凝集工程&gt;

## -凝集粒子の調製-

樹脂粒子分散液(1) (水との接触角88°)	2400部
樹脂粒子分散液(8) (水との接触角78°)	225部
着色剤粒子分散液(1)	109部
離型剤粒子分散液	65部
過酸化ラウロイル	10部
硫酸アルミニウム	5部

(和光純薬社製)

イオン交換水

【0149】以上を丸型ステンレス製フラスコ中に収容させ、pH 2.0に調整した後、ホモジナイザー（IK A社製：ウルトラタラックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で66℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で3時間保持した後、光学顕微鏡にて観

50 とが確認された。

36

## .....100部

であった。そこで炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを5.5に調整した後、攪拌を継続しながら85℃まで加熱し、3時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0143】得られたトナーの平均粒径は5.2 μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(10)を作製した。

## 【0144】

## .....100部

であった。そこで炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを5.6に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0147】得られたトナーの平均粒径は5.5 μmであった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(11)を作製した。

## 【0148】

## .....100部

察すると、平均粒径が約4.3 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に2時間65℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約4.5 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

37

【0150】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.6であった。そこで炭酸ナトリウム(和光純薬社製)を0.5重量%に希釈した水溶液を穏やかに添加し、pHを5.9に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用(静電荷像現像剤(13))

## 〈凝集工程〉

## —凝集粒子の調製—

樹脂粒子分散液(6) (水との接触角82°)	900部
樹脂粒子分散液(7) (水との接触角79°)	600部
着色剤粒子分散液(1)	100部
離型剤粒子分散液	63部
過酸化ラウロイル	10部
硫酸アルミニウム	5部
(和光純薬社製)	
イオン交換水	100部

## 型ステンレス集

以上を完全にアクリル製フラスコに収容させ、pH 2.0に調整した後、ホモジナイザー（IK-A社製：ウルトラタラックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で3時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.3 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に2時間65℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.6 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0154】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.3  
(静電荷像現像剤(14))  
<凝集工程>

—凝集粒子の

### 樹脂粒子分散液 (

着色剤粒子分散液 (1)	100部
離型剤粒子分散液	63部
過酸化ラウロイル	10部
硫酸アルミニウム	5部
(和光純薬社製)	
イオン交換水	100部

## 型スタンレス無

以上を完全にフレッシュフリーエルベートに収容させ、pH 2.0に調整した後、ホモジナイザー（IK-A社製：ウルトラタラックスT50）を用いて分散させた後、加熱用オイルバス中で65℃まで攪拌しながら加熱した。65℃で2時間保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.1 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。更に2時間65℃で加熱攪拌を保持した後、光学顕微鏡にて観察すると、平均粒径が約5.3 μmである凝集粒子が形成されていることが確認された。

【0158】<融合工程>この凝集粒子のpHは2.2であった。そこで炭酸ナトリウム(和光純薬社製)を

38

いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0151】得られたトナーの平均粒径は4.8  $\mu\text{m}$ であった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(12)を作製した。

[0 1 5 2]

20 であった。そこで炭酸ナトリウム（和光純薬社製）を 0.5 重量%に希釀した水溶液を穏やかに添加し、pH を 5.0 に調整した後、攪拌を継続しながら 90℃まで 加熱し、4 時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0155】得られたトナーの平均粒径は5.7  $\mu\text{m}$ であった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(13)を作製した。

【0156】

40 を4.5に調整した後、攪拌を継続しながら90℃まで加熱し、4時間保持した。その後、反応生成物をろ過し、イオン交換水で十分に洗浄した後、真空乾燥機を用いて乾燥させることによりトナー粒子を得た。

【0159】得られたトナーの平均粒径は5.5  $\mu\text{m}$ であった。得られたトナー粒子を静電荷像現像剤(1)と同様の方法で静電荷像現像剤(14)を作製した。

【0160】(実施例1) 静電荷像現像剤(1)を、富士ゼロックス社製Aカラー930複写機改造機(離型オイル供給機を除去し、定着ロールおよび加圧ロール表面にエチレン-弗化ビニリデン-テトラフルオロエチレン

共重合体からなるフィルムをかぶせた定着器を備える)の現像器に充填し、ソリッド部および細線部の未定着像を形成した。次に定着器の定着ロールと未定着画像の接觸時間が0.04秒になるようにロールの回転速度を調整し、定着ロール表面が60°Cから200°Cまで、5°Cおきに定着を行った。ソリッド部の定着像のほぼ中央になるように内側に折り目を入れ、定着像の破壊の評価を行い、問題ないレベルになった定着温度を最低定着温度とした。また目視により細線再現性、地かぶり、ホットオフセットを評価した。さらに、使用したトナーについての各特性、粒度、粒度分布、定着特性を評価した。これらの結果を表1及び表2に示す。なお、表中、T<sub>m</sub>はトナー融点、G'30は30°Cにおける貯蔵弾性率、

G' (T<sub>m</sub>)、G' (T<sub>m</sub>+10)は融点及び融点+10°Cにおける貯蔵弾性率、G'' (T<sub>m</sub>)、G'' (T<sub>m</sub>+10)は融点及び融点+10°Cにおける損失弾性率、 $\Delta \log G'$ は $|\log G' (T_m+20) - \log G' (T_m+50)|$ を、また $\Delta \log G''$ は、 $|\log G'' (T_m+20) - \log G'' (T_m+50)|$ をそれぞれ示す。

【0161】(実施例2～13、比較例1) 静電荷像現像剤(1)の代わりに、表1及び2に示すよう静電荷像現像剤(2)～(14)をそれぞれ用いた以外は、実施例1と同様に評価した。結果を表1及び2に示す。

## 【0162】

## 【表1】

	現像剤番号	T <sub>m</sub> /°C	G'30/ $\times 10^3$	G'(T <sub>m</sub> )/ $\times 10^3$	G'(T <sub>m</sub> +10)/ $\times 10^3$	G''(T <sub>m</sub> )/ $\times 10^3$	G''(T <sub>m</sub> +10)/ $\times 10^3$	$\Delta \log G'$	$\Delta \log G''$
実施例1	1	69	3.2	2.8	4.2	4.0	4.6	1.2	1.2
実施例2	2	85	5.9	6.6	6.2	7.0	5.2	1.2	1.3
実施例3	3	60	1.5	1.2	9.2	3.1	8.2	1.1	1.0
実施例4	4	81	4.8	4.0	2.2	6.5	2.5	0.2	0.4
実施例5	5	67	8.0	7.6	1.5	9.3	1.3	0.7	0.5
実施例6	6	60	3.5	3.4	8.3	3.9	8.0	0.3	0.4
実施例7	7	71	3.2	2.8	5.2	4.1	8.5	1.1	1.3
実施例8	8	66	3.2	2.8	4.8	4.0	4.5	1.0	1.0
実施例9	9	69	3.2	2.8	5.0	4.3	4.5	0.8	0.7
実施例10	10	69	3.2	2.8	4.9	4.2	5.1	1.2	1.1
実施例11	11	69	3.2	2.8	4.6	4.3	4.6	0.8	0.5
実施例12	12	69	3.2	2.8	3.8	4.2	1.6	0.9	0.5
実施例13	13	61	3.2	2.8	5.2	4.2	4.0	1.1	1.5
比較例1	14	72	3.1	2.6	3.2	4.6	1.2	1.3	1.0

【0163】

【表2】

	現像剤番号	平均径/ $\mu\text{m}$	GSD	$\tan\delta$	定着温度/ $^{\circ}\text{C}$	細線再現性	地かぶり	ホットオフセット
実施例1	1	5.3	1.21	0.91	85	良好	無し	未発生
実施例2	2	7.2	1.20	1.19	100	良好	無し	未発生
実施例3	3	4.3	1.24	1.12	75	良好	無し	未発生
実施例4	4	5.7	1.22	0.88	95	良好	無し	未発生
実施例5	5	5.4	1.22	1.15	80	良好	無し	未発生
実施例6	6	5.5	1.23	1.04	80	良好	無し	未発生
実施例7	7	4.8	1.20	0.63	85	良好	無し	未発生
実施例8	8	4.4	1.22	1.07	90	良好	無し	未発生
実施例9	9	5.2	1.20	1.11	85	良好	無し	未発生
実施例10	10	5.2	1.25	0.96	85	良好	無し	未発生
実施例11	11	5.5	1.25	1.00	85	良好	無し	未発生
実施例12	12	4.8	1.25	2.38	85	良好	無し	未発生
実施例13	13	5.7	1.24	1.30	85	良好	無し	未発生
比較例1	14	5.5	1.38	2.67	85	やや悪	やや発生	未発生

【0164】表1及び表2に示す結果から以下のことが明らかである。即ち、実施例1～13における静電荷像現像用トナーを含む静電荷現像剤用いると、比較例1～2の静電荷現像用トナーを含む静電荷現像剤に比較して、粒度分布を狭く、すなわちトナー一つ一つの粒径を揃えることが出来たため、細線再現性に優れ、また地かぶりがなく、かつ低温定着性に優ることがわかる。また、高速定着時における画像安定性に優れ、特にカラートナーを用いた場合において優ることがわかる。

#### 【0165】

【発明の効果】以上、本発明によれば、本発明は、製造

方法が簡単であり、特に、粒度、粒度分布等の再現性のよい、製造安定性の優れると共に、定着領域が広く、特に低温定着性に優れた静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法を提供することができる。また、凝集法における樹脂粒子の製造安定性、保存安定性に優れ、さらに帶電性、特に、環境安定性、経時安定性に優れた静電荷像現像用トナー及びその製造方法、並びに、それを用いた静電荷像現像剤及び画像形成方法を提供することができる。

#### フロントページの続き

(72)発明者 濱野 弘一

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(72)発明者 福島 紀人

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

(72)発明者 今井 孝史

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ  
ックス株式会社内

F ターム(参考) 2H005 AA01 AB03 CA04 CA08 EA03

EA10 FA01